



(21) Aktenzeichen: P 32 33 726.4
(22) Anmeldetag: 11. 9. 82
(23) Offenlegungstag: 15. 3. 84

(71) Anmelder:
Uhde GmbH, 4600 Dortmund, DE

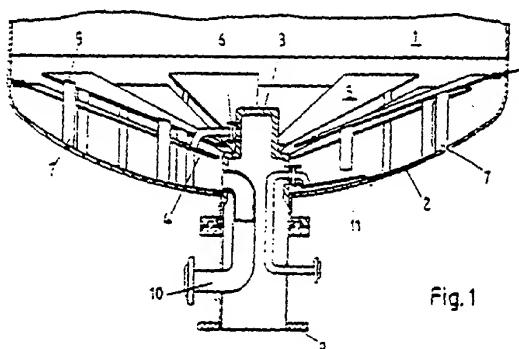
(72) Erfinder:
Kluger, Hans, Dipl.-Ing. Dr., 5758 Fröndenberg, DE;
Koll, Gregor, Dipl.-Ing., 5800 Hagen, DE; Kurtz,
Hans-Ottmar, 4600 Dortmund, DE; Simmich, Paul,
5800 Hagen, DE

(56) Recherchenergebnisse nach § 43 Abs. 1 PatG:
BE 7 74 492
US 34 14 386

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

(54) Verfahren und Vorrichtung zur Behandlung von Reaktionsflüssigkeit mit suspendierbarem Katalysator

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Behandlung von Reaktionsflüssigkeit mit suspendierbarem Katalysator für diskontinuierlich ablaufende Prozesse. So werden z.B. Hydrierungen für bestimmte Wirkstoffe diskontinuierlich in druckfesten Apparaten ausgeführt, unter Einsatz von Hydriertkatalysator. Bei derartigen Verfahren ist es erforderlich, den Katalysator nach Ablauf der Reaktion vom Reaktionsprodukt zu trennen. Nach der Erfindung wird im Reaktionsraum auf Filterelementen abgeschiedener Katalysator in der Reaktionsflüssigkeit suspendiert und ohne Zeitverzug nach Reaktionsende das Reaktionsprodukt über die Filterelemente vom Katalysator getrennt. Es wird ein Reaktionsgefäß verwendet, das Filterelemente enthält und wobei die Filterelemente direkten Ablauf in den Filtratablaufdom aufweisen. (32 33 726)



P a t e n t a n s p r ü c h e

1. Verfahren zur Behandlung von Reaktionsflüssigkeit mit suspendierbarem Katalysator,
dadurch gekennzeichnet, daß im Reaktionsraum auf Filterelementen abgeschiedener Katalysator in der Reaktionsflüssigkeit suspendiert wird und daß ohne Zeitverzug nach Reaktionsende das Reaktionsprodukt über die Filterelemente vom Katalysator getrennt wird.
2. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Reaktionsgefäß (1) Filterelemente (5) enthält, die Filterelemente (5) direkten Ablauf in den Filtratablaufdom (3) aufweisen.
3. Vorrichtung nach Anspruch 2,
dadurch gekennzeichnet, daß die Filterelemente (5) als flache Teilstücke oder als Filterkerze (13) ausgeführt sind.
4. Vorrichtung nach Anspruch 2 und 3,
dadurch gekennzeichnet, daß die Filterelemente (5) um ihre Längsachse drehbar sind.
5. Vorrichtung nach Anspruch 2,
dadurch gekennzeichnet, daß die Filterelemente (5) über Flanschverbindungen (6) oder über Steckverbindungen (15) am Filtratablaufdom befestigt sind.

RVPP01001140782

...

2.

Verfahren und Vorrichtung zur Behandlung von Reaktionsflüssigkeit mit suspendierbarem Katalysator

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Behandlung von Reaktionsflüssigkeit mit suspendierbarem Katalysator für diskontinuierlich ablaufende Prozesse. So werden z.B. Hydrierungen für bestimmte Wirkstoffe diskontinuierlich in druckfesten Apparaten ausgeführt unter Einsatz von Hydrierkatalysator.

Bei derartigen Verfahren ist es erforderlich, den Katalysator nach Ablauf der Reaktion vom Reaktionsprodukt zu trennen.

Es ist bekannt, bei Verfahren mit nicht scharf limitierter Reaktionszeit, den suspendierbaren Katalysator nach Abschluß der Reaktion am Boden des Reaktionsgefäßes sedimentieren zu lassen. Die überstehende Lösung läuft in bekannter Weise durch ein überstehendes Ablauftrohr ab. Sie kann auch mittels eines Druckgaspolsters nach oben ausgedrückt werden. Dieses Verfahren hat enge Anwendungsgrenzen durch lange Sedimentationszeit und unzureichende Trennung von Katalysator und Restproduktlösung. Es verbleibt immer eine Restproduktlösung im Reaktionsgefäß.

Weiterhin ist bekannt, den suspendierbaren Katalysator von dem Reaktionsprodukt außerhalb des Reaktionsgefäßes zu trennen. Dabei wird der im Reaktionsprodukt suspendierte Katalysator mit diesem über eine Leitung abgezogen und in mindestens eine Filtereinheit geleitet und dort abgetrennt. Der abgetrennte Katalysator muß aus dem Filter entfernt werden, entweder mechanisch oder mittels einer Hilfsflüssigkeit, um wieder in der frisch aufzugebenden Reaktionsflüssigkeit vor oder im Reaktionsgefäß suspendiert werden zu können.

Dieses Verfahren hat den Nachteil, daß innerhalb der Überleitungszeit der Reaktionsflüssigkeit aus dem Reaktionsgefäß

in die Filtereinheit eine Nachreaktion eintreten kann bei nicht einstellbaren definierten Reaktionsbedingungen, wie z.B. Verweilzeit, Temperatur und Mischgüte. Weiterhin muß der im separaten Filter abgeschiedene Katalysator in einen Suspendierbehälter überführt und dort mit frischer Lösung wieder suspendiert werden. Der Transport der Reaktionsflüssigkeit mit suspendiertem Katalysator ist nicht problemlos und nicht frei von bereits beginnenden ungewollten Reaktionen. Darüber hinaus ist der Investitionsaufwand für Filter, Suspendiergefäß, Rohrleitungen, Armaturen und Meßgeräte nicht unerheblich, zumal oft sehr hochwertige und teure Materialien eingesetzt werden müssen.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, die Behandlung von Reaktionsflüssigkeit mit suspendierbarem Katalysator bewußt beeinflußbar und mit einfachen Mitteln zu gestalten.

Diese Aufgabe wird auf das Verfahren bezogen, erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß im Reaktionsraum auf Filterelementen abgeschiedener Katalysator in der Reaktionsflüssigkeit suspendiert wird und daß ohne Zeitverzug nach Reaktionsende das Reaktionsprodukt über die Filterelemente vom Katalysator getrennt wird.

Um das Verfahren vorteilhaft durchführen zu können, wird ein Reaktionsgefäß verwendet, das Filterelemente enthält und die Filterelemente direkten Ablauf in den Filtratablaufdom aufweisen.

Nach weiteren Ausgestaltungen der Erfindung können die Filterelemente als flache Teilstücke oder als Filterkerzen ausgeführt sein. Darüberhinaus können sie über Flanschverbindungen oder über Steckverbindungen drehbar um ihre Längsachse am Filterablaufdom befestigt sein.

Die mit der Erfindung erzielten Vorteile bestehen unter anderem darin, daß die Verweilzeit des suspendierten Katalysators in der Reaktionsflüssigkeit zeitlich definiert genau eingehalten werden kann. Damit sind dann auch die anderen Reaktionsbedingungen wie z.B. Druck, Temperatur, Mischgüte und Konzentration sicher einzuhalten. Da der suspendierbare Katalysator nicht mehr in der Lösung bei niedriger Konzentration befördert werden muß, es lassen sich höhere Konzentrationen im Reaktionsgefäß einstellen, erzielt man eine wesentlich höhere Raum-Zeit-Ausbeute in Verfahren.

Darüberhinaus lassen sich bei dem diskontinuierlichen Betrieb die zwischen den Reaktionsperioden liegenden Zeiten für Abfiltrieren und Wieder-Suspendieren des Katalysators reduzieren, da der Katalysator im Reaktionsraum verbleibt. Der Totraum im Reaktionsgefäß ist minimal und geringer als im Falle der Abtrennung mittels Sedimentation bzw. getrennt aufgestellter Filtereinheiten.

Darüber hinaus sind weder eine Vorrichtung zum Anmaischen des abfiltrierten Katalysators noch Pumpen und Transportleitungen für die Rückführung des Katalysators von den Filterelementen in das Reaktionsgefäß erforderlich.

Das Reaktionsgefäß mit den eingebauten Filtereinheiten zeichnet sich durch folgende Merkmale und Vorteile aus:

Die Filterelemente sind Teil der Filtereinheit und können einzeln in das Reaktionsgefäß eingebracht werden, je nach gewählter Konstruktion entweder durch ein Mannloch im oberen Teil des Reaktionsgefäßes oder durch mindestens eine Montageöffnung im Radiusbereich der endgültigen Positionierung der Filterelemente am Boden des Reaktionsgefäßes. Mittels Steckverbindungen mit O-Ring-Abdichtung lassen sich kurze Demontage- und Montagezeiten

. 5.

erzielen. Bei höheren Arbeitsdrücken werden Flanschverbindungen verwendet.

Neben der Filtratabzugsleitung ist im Bodenstück noch eine Leitung für das Restvolumen vorgesehen, um das Reaktionsgefäß über ein Filterelement vollständig von Flüssigkeit zu entleeren. Über die zentral am tiefsten Punkt angeordnete Öffnung kann von Zeit zu Zeit verbrauchter Katalysator abgezogen und aus dem Verfahren ausgeschleust werden.

In den Fig. 1, 2 und 3 wird die Erfindung beispielhaft erläutert. Es zeigen:

Fig. 1 den unteren Teil eines Reaktionsgefäßes mit Filterelementen in Kreisausschnitt-Bauweise.

Fig. 2 den unteren Teil eines Reaktionsgefäßes mit Filterelementen in Filterkerzen-Bauweise.

Fig. 3 Einzelheit der Steckverbindungen aus Fig. 2

Das Reaktionsgefäß 1 in Fig. 1 weist im Boden 2 den Filtratablaufdom 3 auf. In diesen Ablaufdom 3 münden die Ablaufrohre 4 der flachen Filterelemente 5 in Kreisausschnitt-Bauweise. Die Ablaufrohre 4 können mittels Flanschverbindung 6 am Filtratablaufdom angeschlossen sein. Die außenseitige Abstützung der Filterelemente erfolgt in bekannter Weise am Gefäßboden über Stützen 7 oder einen Ring 8. Der Filtratablaufdom 3 ist mit den Außenflansch 10 an die nicht dargestellte Filtratabzugsleitung angeschlossen. Um von Zeit zu Zeit auch inaktiven Katalysator abziehen zu können, ist die Entleerungsleitung 9 am tiefsten Punkt des Reaktionsgefäßes angeschlossen.

Soll das Restvolumen auch aus dem Reaktionsgefäß entfernt werden können, wird am tiefsten Punkt des Reaktionsgefäßes ein flaches Restfilter 11 eingebaut.

Die Filterelemente 5 sind in zweckmäßiger Weise so dimensioniert, daß sie durch ein Mannloch in das Reaktionsgefäß eingeführt werden können. So lassen sich defekte oder verstopfte Filterelemente leicht und schnell auswechseln. Der Aufbau der Filterelemente ist nicht Gegenstand der Erfindung. Er ist variabel je nach Einsatzgebiet und Katalysatorart.

In Fig. 2 und 3 ist der Filtratablaufdom 12 derart ausgebildet, daß die Filterelemente in Kerzenform 13 in ihm befestigt werden können. Die Befestigung erfolgt in bekannter Weise über Steckverbindungen 14 oder Bajonettverschluss. Die Abdichtung gegenüber dem Reaktionsraum erfolgt mittels O-Ring 15. Auf diese Art ist es möglich, daß die einzelnen Filterkerzen durch Montageöffnungen 16 am unteren Rand des Reaktionsgefäßes ein- und ausgebaut werden können. Wird der Filtratablaufdom 12 drehbar ausgeführt, genügen sogar zwei Montageöffnungen.

Der Restfilter 11, hier nicht eingezeichnet, kann in gleicher Weise wie in Fig. 1 angebracht sein.

Leerseite

11.

Nummer: 32 33 726
Int. Cl. 3: B 01 J 8/00
Anmeldetag: 11. September 1982
Offenlegungstag: 15. März 1984

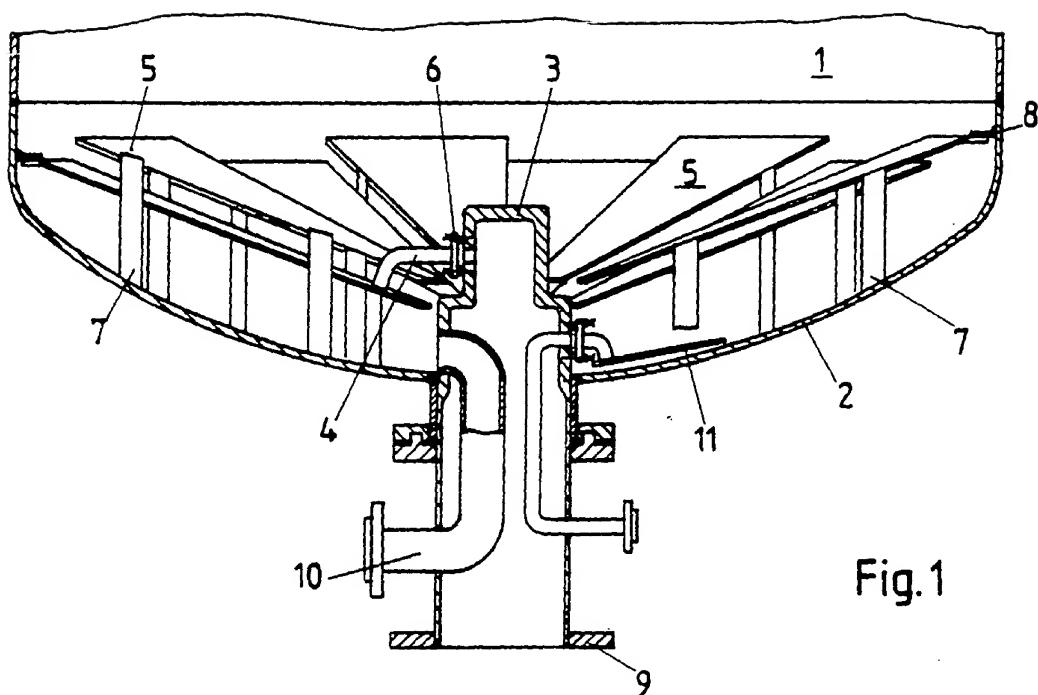


Fig. 1

Uhde GmbH, DORTMUND
eig. Zeichen 10 111
Verfahren und Vorrichtung zur Behandlung von Reaktionsflüssigkeit
mit suspendierbarem Katalysator

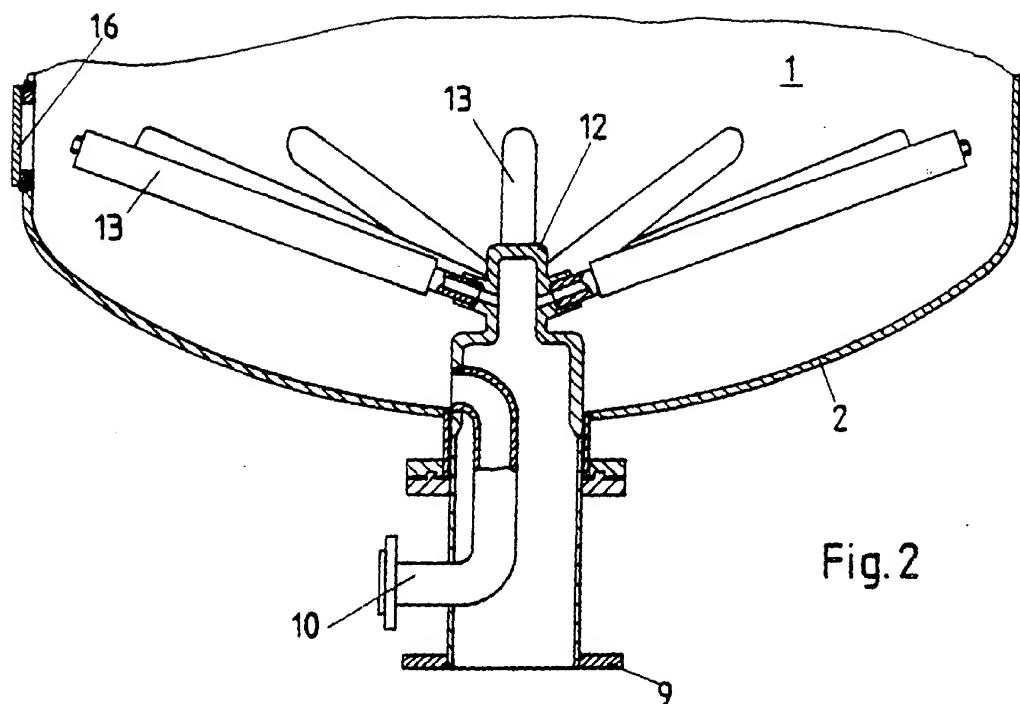


Fig. 2

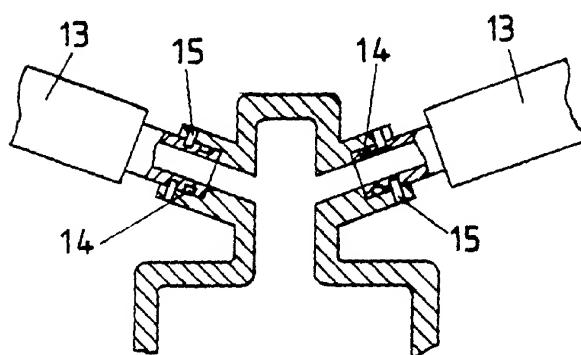


Fig. 3

Uhde GmbH, DORTMUND
eig. Zeichen 10 111
Verfahren und Vorrichtung zur Behandlung von Reaktionsflüssigkeit
mit suspendierbarem Katalysator